

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 2005/000882

26. 1. 2005.

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 4 年 1 月 3 0 日
Date of Application:

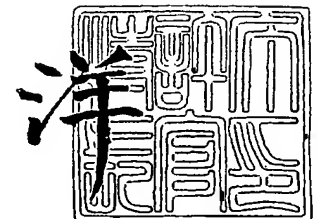
出 願 番 号 特 願 2 0 0 4 - 0 2 2 3 7 2
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 2 2 3 7 2]

出 願 人 三 菱 住 友 シ リ コ ン 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 5 年 3 月 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願
【整理番号】 P02ML034J
【提出日】 平成16年 1月30日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C30B. 29/06 502
C30B 30/04

【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】 原田 和浩

【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】 深津 宣人

【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】 符 森林

【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】 鈴木 洋二

【特許出願人】
【識別番号】 302006854
【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代理人】
【識別番号】 100085372
【弁理士】
【氏名又は名称】 須田 正義

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 003285
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

内部に石英るつぼ(13)が設けられたチャンバ(11)の外部に上コイル(51)及び下コイル(52)を鉛直方向に所定の間隔をあけて配設し、前記上コイル(51)及び下コイル(52)に互いに逆向きの電流を流すことにより前記上コイル(51)及び下コイル(52)の各コイル中心から前記上コイル(51)及び下コイル(52)間の中立面(53a)を通りかつ強度が50 Gauss以上のカスプ磁場(53)を発生させ、前記石英るつぼ(13)を所定の回転速度で回転させ、前記チャンバ(11)の上部から前記チャンバ(11)の内部に不活性ガスを供給して前記チャンバ(11)内部に設けられた熱遮蔽部材(36)の内側に不活性ガスを流下させ、前記シリコン融液(12)からトップ側インゴット(25a)とボトム側インゴット(25b)を含むシリコン単結晶のインゴット(25)を所定の回転速度で回転させ、前記シリコン単結晶インゴット(25)内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度で前記シリコン単結晶インゴット(25)を前記熱遮蔽部材(36)の中央から引上げるシリコン単結晶の引上げ方法において、

熱遮蔽部材(36)は、下端が前記シリコン融液(12)表面から間隔をあけて上方に位置しかつインゴット(25)の外周面を包囲する筒部(37)と、前記筒部(37)の下部に筒内の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材(47)が設けられた膨出部(41)とを備え、

前記インゴット(25)の直径を d とするとき d が 100 mm 以上であり前記蓄熱部材(47)の内周面は高さ(H_1)が 10 mm 以上 $d/2$ 以下であって前記インゴット(25)の外周面との最小間隔(W_1)が 10 mm 以上 $0.2d$ 以下になるように形成され、

前記シリコン単結晶インゴット(25)のうちトップ側インゴット(25a)の引上げ時の前記膨出部(41)と前記インゴット(25)との間を流下する不活性ガスの流量が、前記シリコン単結晶インゴット(25)のうちボトム側インゴット(25b)の引上げ時の前記膨出部(41)と前記インゴット(25)との間を流下する不活性ガスの流量より多い

ことを特徴とするシリコン単結晶の引上げ方法。

【請求項 2】

トップ側インゴット(25a)の引上げ時の膨出部(41)と前記インゴット(25)との間を流下する不活性ガスの下記式(1)で求められる流速指標(S)が、ボトム側インゴット(25b)の引上げ時の前記膨出部(41)と前記インゴット(25)との間を流下する不活性ガスの下記式(1)で求められる流速指標(S)より速く設定された請求項 1 記載のシリコン単結晶の引上げ方法。

$$S = (P_o / E) \times F / A \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 P_o はチャンバ(11)の外部における大気圧力(Pa)であり、 E は前記チャンバ(11)の内部圧力(Pa)であり、 F は前記チャンバ(11)に供給される室温状態の不活性ガスの圧力 P_o (Pa)における流量(m^3 /秒)であり、 A は前記膨出部(41)と前記シリコン単結晶インゴット(25)との間における断面積(m^2)である。

【請求項 3】

内部に石英るつぼ(13)が設けられたチャンバ(11)の外部に上コイル(51)及び下コイル(52)を鉛直方向に所定の間隔をあけて配設し、前記上コイル(51)及び下コイル(52)に互いに逆向きの電流を流すことにより前記上コイル(51)及び下コイル(52)の各コイル中心から前記上コイル(51)及び下コイル(52)間の中立面(53a)を通るカスプ磁場(53)を発生させ、前記石英るつぼ(13)を所定の回転速度で回転させ、前記チャンバ(11)の上部から前記チャンバ(11)の内部に不活性ガスを供給して前記チャンバ(11)内部に設けられた熱遮蔽部材(36)の内側に不活性ガスを流下させ、前記シリコン融液(12)からトップ側インゴット(25a)とボトム側インゴット(25b)を含むシリコン単結晶のインゴット(25)を所定の回転速度で回転させ、前記シリコン単結晶インゴット(25)内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度で前記シリコン単結晶インゴット(25)を前記熱遮蔽部材(36)の中央から引上げるシリコン単結晶の引上げ方法において、

熱遮蔽部材(36)は、下端が前記シリコン融液(12)表面から間隔をあけて上方に位置しか

つインゴット(25)の外周面を包囲する筒部(37)と、前記筒部(37)の下部に筒内の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材(47)が設けられた膨出部(41)とを備え、

前記インゴット(25)の直径を d とするとき d が 1 0 0 mm 以上であり前記蓄熱部材(47)の内周面は高さ(H_1)が 1 0 mm 以上 $d/2$ 以下であって前記インゴット(25)の外周面との最小間隔(W_1)が 1 0 mm 以上 $0.2d$ mm 以下になるように形成され、

前記シリコン単結晶インゴット(25)のうちトップ側インゴット(25a)の引上げ時の前記カスプ磁場(53)の強度が、前記シリコン単結晶インゴット(25)のうちボトム側インゴット(25b)の引上げ時の前記カスプ磁場(53)の強度より大きく設定された

ことを特徴とするシリコン単結晶の引上げ方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】シリコン単結晶の引上げ方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコン融液にカスプ（CUSP）磁場を印加しながら、シリコン単結晶のインゴットをシリコン融液から引上げる方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、シリコン単結晶の製造方法として、シリコン単結晶のインゴットをチョクラルスキー法（以下、CZ法という）により引上げる方法が知られている。このCZ法は、石英るつぽに貯留されたシリコン融液に種結晶を接触させ、石英るつぽ及び種結晶を回転させながら種結晶を引上げることに、種結晶の下部にまず細長いネック部を形成させる。次に引上げ速度および温度を調節して所定の直径の定径部まで増径させ、その後は結晶成長にあわせて回転させつつ上方に引上げることによって一定径の単結晶を成長させる。所定長さに達した単結晶は、定径部から結晶直径を次第に細くしていき、最後に直径をゼロにしてシリコン融液から切り離す。

【0003】

このようなCZ法は、単結晶を安定して製造するための、様々な工夫がなされてきた。例えば、引上げる結晶を中心軸周りに回転させ、同時にシリコン融液が貯留された石英るつぽを結晶とは逆方向に回転させたり、引上げにワイヤを用いたり、チャンバ内部雰囲気の不活性ガスの減圧下として発生するSiO₂ガスを排除したりすることなどである。また、CZ法で作られるシリコン単結晶中の酸素は、デバイス作製の上で大きな役割を果たすことが知られている。例えばシリコンウエーハの強度を保つのに必要である。更に、熱処理することにより生じる酸素析出物はシリコンウエーハの表面から混入する不純物をゲッタリングすることが知られている。しかし、この酸素は多すぎると、酸素析出物がウエーハ表面近傍でデバイス特性を悪化させる。従って、酸素濃度を一定レベルでコントロールすることが必要であるが、従来のCZ法により引上げられるインゴットの酸素濃度は、図12に示すように、インゴットのトップ側で高く、融液量が増えたときに酸素濃度を低下させるのが困難であった。

【0004】

この点を解消するために、シリコン融液にカスプ（CUSP）磁場を印加しながら、シリコン単結晶のインゴットをシリコン融液から引上げる方法が知られている。このカスプ磁場を発生させるには、内部に石英るつぽが設けられたチャンバの外部に上コイル及び下コイルを鉛直方向に所定の間隔をあけて配設する。そして、上コイル及び下コイルに互いに逆向きの電流を流すことにより上コイル及び下コイルの各コイル中心から上コイル及び下コイル間の中立面を通るカスプ磁場を発生させる。カスプ磁場を発生させると、シリコン融液には、磁場に垂直な方向に生じた誘導電流により逆向きの力（ローレンツ力）が加わり、石英るつぽに貯留されたシリコン融液の自由な移動は防止される。これにより、石英るつぽから酸素が融液中に入る量が減少し、結果的に結晶中に入る酸素の量が下がると考えられている。しかしながら、結晶成長と共に酸素濃度が減少するのは、マグネットを使用しない場合と同様であり、酸素濃度を結晶軸方向に均一化するためには、石英るつぽの回転速度や融液表面と熱遮蔽部材の間の不活性ガス流速を変化させる必要があった。

【0005】

一方、半導体集積回路を製造する工程において、歩留りを低下させる原因として酸化誘起積層欠陥（Oxidation Induced Stacking Fault、以下、OISFという。）の核となる酸素析出物の微小欠陥や、結晶に起因したパーティクル（Crystal Originated Particle、以下、COPという。）や、或いは侵入型転位（Interstitial-type Large Dislocation、以下、LDという。）の存在が挙げられている。OISFは、結晶成長時にその核となる微小欠陥が導入され、半導体デバイスを製造する際の熱酸化工程等で顕在化し、作製したデバイスのリーク電流の増加等の不良原因になる。またCOPは、鏡面研磨後のシリ

コンウェーハをアンモニアと過酸化水素の混合液で洗浄したときにウェーハ表面に出現する結晶に起因したピットである。このCOPは電気的特性、例えば酸化膜の経時絶縁破壊特性 (Time Dependent dielectric Breakdown、TDDB)、酸化膜耐圧特性 (Time Zero Dielectric Breakdown、TZDB) 等を劣化させる原因となる。またCOPがウェーハ表面に存在するとデバイスの配線工程において段差を生じ、断線の原因となり得る。そして素子分離部分においてもリーク等の原因となり、製品の歩留りを低くする。更にLDは、電気的特性、例えばリーク特性、アイソレーション特性等を劣化させる原因となる。この結果、半導体集積回路を製造するために用いられるシリコンウェーハからOISF、COP及びLDを減少させることが必要となっている。

【0006】

このOISF、COP及びLDを有しない無欠陥のシリコンウェーハを切出すためのシリコン単結晶インゴットの製造方法が提案されている (例えば、特許文献1及び2参照)。一般に、シリコン単結晶のインゴットを速い速度で引上げると、インゴット内部に空孔型点欠陥の凝集体が支配的に存在する領域[V]が形成され、インゴットを遅い速度で引上げると、インゴット内部に格子間シリコン型点欠陥の凝集体が支配的に存在する領域[I]が形成される。このため上記製造方法では、インゴットを最適な引上げ速度で引上げることにより、上記点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域[P]からなるシリコン単結晶を製造できるようになっている。

【特許文献1】米国特許番号6,045,610号

【特許文献2】特開平11-1393号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかし、前述したように結晶に取り込まれる酸素量を制御するために、シリコン融液にカスプ(CUSP)磁場を印加しながら、石英るつぼの回転速度や不活性ガスの流速を変化させると、この制御はシリコン融液の残量の変化や対流の変化による影響を受けるため、酸素濃度を一定に保つことができたとしても、インゴットの直胴部全長にわたって、無欠陥のシリコン単結晶を製造することが困難になり、インゴットの横断面全体にわたって点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる最大引上げ速度及び最小引上げ速度の差であるピュアマージンが減少するという未だ解決すべき課題が残存していた。

本発明の目的は、ピュアマージンを減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造できるシリコン単結晶の引上げ方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

請求項1に係る発明は、図1ないし図4に示すように、内部に石英るつぼ13が設けられたチャンバ11の外部に上コイル51及び下コイル52を鉛直方向に所定の間隔をあけて配設し、上コイル51及び下コイル52に互いに逆向きの電流を流すことにより上コイル51及び下コイル52の各コイル中心から上コイル51及び下コイル52間の中立面53aを通りかつ強度が50ガウス以上のカスプ磁場53を発生させ、石英るつぼ13を所定の回転速度で回転させ、チャンバ11の上部からチャンバ11の内部に不活性ガスを供給してチャンバ内部に設けられた熱遮蔽部材36の内側に不活性ガスを流下させ、シリコン融液12からトップ側インゴット25aとボトム側インゴット25bを含むシリコン単結晶のインゴット25を所定の回転速度で回転させ、シリコン単結晶インゴット25内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度でシリコン単結晶インゴット25を熱遮蔽部材36の中央から引上げるシリコン単結晶の引上げ方法の改良である。

【0009】

その特徴ある点は、熱遮蔽部材36は、下端がシリコン融液12表面から間隔をあけて上方に位置しかつインゴット25の外周面を包囲する筒部37と、筒部37の下部に筒内

の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材47が設けられた膨出部41とを備え、インゴット25の直径をdとするときdが100mm以上であり蓄熱部材47の内周面は高さH₁が10mm以上d/2以下であってインゴット25の外周面との最小間隔W₁が10mm以上0.2d以下になるように形成され、シリコン単結晶インゴット25のうちトップ側インゴット25aの引上げ時の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの流量が、シリコン単結晶インゴット25のうちボトム側インゴット25bの引上げ時の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの流量より多いところにある。

【0010】

この請求項1に係るシリコン単結晶の引上げ方法では、引上げに伴いシリコン融液表面から排除される酸素濃度の減少に起因して、ボトム側インゴット25bにおける結晶に取り込まれる酸素量は増大する。この結果、比較的均一な酸素濃度を有するシリコン単結晶のインゴット25を製造することができる。その一方で、マグネットを使用しない条件では、点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる最大引上げ速度及び最小引上げ速度の差であるピュアマージンと不活性ガス流量とが相関し、不活性ガス流量が減少するとマージンが減少することを見いだした（特開2003-220875号公報）。ところが、本発明のボトム側インゴットでは、流量を減少させてもマージンが減少することはないことを発見した。この原因は明らかではないが、シリコン融液の減少により融液に係る磁場分布が変化する。これにより、融液対流が変化するため、磁場なしの場合と異なり、マージンが減少することはないと考えられる。

【0011】

請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、トップ側インゴット25aの引上げ時の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの下記式(1)で求められる流速指標Sが、ボトム側インゴット25bの引上げ時の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの下記式(1)で求められる流速指標Sより速く設定されたシリコン単結晶の引上げ方法である。

$$S = (P_o / E) \times F / A \quad \dots\dots (1)$$

ここで、P_oはチャンバ11の外部における大気圧力(P_a)であり、Eはチャンバ11の内部圧力(P_a)であり、Fはチャンバ11に供給される室温状態の不活性ガスの圧力P_o(P_a)における流量(m³/秒)であり、Aは膨出部41とシリコン単結晶インゴット25との間における断面積(m²)である。

【0012】

この請求項2に係るシリコン単結晶の引上げ方法では、インゴット25の引上げに伴う石英るつぼ13内のシリコン融液12の減少によるシリコン融液12の対流の変化を最小限に抑制できる。この結果、シリコン融液12及びインゴット25の固液界面近傍におけるインゴット25鉛直方向の温度勾配Gがインゴット25のほぼ全長にわたってインゴット25の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット25の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長にわたってパーフェクト領域となるインゴット25を引上げることができるものと考えられる。よって、このようなシリコン単結晶の引上げ方法では、ピュアマージンを減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造できるものと考えられる。

【0013】

請求項3に係る発明は、内部に石英るつぼ13が設けられたチャンバ11の外部に上コイル51及び下コイル52を鉛直方向に所定の間隔をあけて配設し、上コイル51及び下コイル52に互いに逆向きの電流を流すことにより上コイル及び下コイルの各コイル中心から上コイル及び下コイル間の中立面53aを通るカスプ磁場53を発生させ、石英るつぼ13を所定の回転速度で回転させ、シリコン融液12からトップ側インゴット25aとボトム側インゴット25bを含むシリコン単結晶のインゴット25を所定の回転速度で回転させ、シリコン単結晶インゴット25内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度でシリコン単結晶インゴ

ット25をチャンバ11内部に設けられた熱遮蔽部材36の中央から引上げるシリコン単結晶の引上げ方法の改良である。

【0014】

その特徴ある点は、熱遮蔽部材36は、下端がシリコン融液12表面から間隔をあけて上方に位置しかつインゴット25の外周面を包囲する筒部37と、筒部37の下部に筒内の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材47が設けられた膨出部41とを備え、インゴット25の直径を d とするとき d が100mm以上であり蓄熱部材47の内周面は高さ H_1 が10mm以上 $d/2$ 以下であってインゴット25の外周面との最小間隔 W_1 が10mm以上0.2 d mm以下になるように形成され、シリコン単結晶インゴット25のうちトップ側インゴット25aの引上げ時のカスプ磁場53の強度が、シリコン単結晶インゴット25のうちボトム側インゴット25bの引上げ時のカスプ磁場53の強度より大きく設定されたところにある。

【0015】

この請求項3に記載されたシリコン単結晶の引上げ方法では、磁場によりシリコン融液12に生じた誘導電流によるローレンツ力がトップ側インゴット25aを引上げる場合に比較して低下し、石英るつぼ13に貯留されたシリコン融液12の比較的自由な移動が許容される。このシリコン融液12の移動に伴い、シリコン融液中の酸素の移動も許容され、ボトム側インゴット25bにおける結晶に取り込まれる酸素量は増大する。この結果、比較的均一な酸素濃度を有するシリコン単結晶のインゴット25を製造することができる。その一方で、インゴットの横断面全体にわたって点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる最大引上げ速度及び最小引上げ速度の差であるピュアマージンが減少することはない。理由は、明確ではないが、ボトム側で磁場強度を小さくすることによる融液対流の変化は、酸素濃度に影響を与えたがマージンには影響を与えなかったものと考えられる。

【発明の効果】

【0016】

以上述べたように、本発明によれば、トップ側インゴットの引上げ時の膨出部とインゴットとの間を流下する不活性ガスの流量が、ボトム側インゴットの引上げ時の不活性ガスの流量より多いので、又はトップ側インゴットの引上げ時のカスプ磁場の強度がボトム側インゴットの引上げ時のカスプ磁場の強度より大きく設定したので、ボトム側インゴットにおける結晶に取り込まれる酸素量が増大して、比較的均一な酸素濃度を有するシリコン単結晶のインゴットを製造することができる。また、シリコン融液及びインゴットの固液界面近傍におけるインゴット鉛直方向の温度勾配がインゴットのほぼ全長にわたってインゴットの径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴットの引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長にわたってパーフェクト領域となるインゴットを引上げることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

次に本発明の第1の実施の形態を図面に基づいて説明する。

図1に示すように、シリコン単結晶の引上げ装置10のチャンバ11内には、シリコン融液12を貯留する石英るつぼ13が設けられ、この石英るつぼ13の外周面は黒鉛サセプタ14により被覆される。石英るつぼ13の下面は上記黒鉛サセプタ14を介して支軸16の上端に固定され、この支軸16の下部はるつぼ駆動手段17に接続される。るつぼ駆動手段17は、図示しないが石英るつぼ13を回転させる第1回転用モータと、石英るつぼ13を昇降させる昇降用モータとを有し、これらのモータにより石英るつぼ13が所定の方法に回転し得るとともに、上下方向に移動可能となっている。石英るつぼ13の外周面は石英るつぼ13から所定の間隔をあけてヒータ18により包囲され、このヒータ18は保温筒19により包囲される。ヒータ18は石英るつぼ13に投入された高純度のシリコン多結晶体を加熱・融解してシリコン融液12にする。

【0018】

またチャンバ11の上端には円筒状のケーシング21が接続される。このケーシング21には引上げ手段22が設けられる。引上げ手段22は、ケーシング21の上端部に水平状態で旋回可能に設けられた引上げヘッド（図示せず）と、このヘッドを回転させる第2回転用モータ（図示せず）と、ヘッドから石英るつぼ13の回転中心に向かって垂下されたワイヤケーブル23と、上記ヘッド内に設けられワイヤケーブル23を巻取り又は繰出す引上げ用モータ（図示せず）とを有する。ワイヤケーブル23の下端にはシリコン融液12に浸してシリコン単結晶のインゴット25を引上げるための種結晶24が取付けられる。

更にチャンバ11にはこのチャンバ11のインゴット側に不活性ガスを供給しかつ上記不活性ガスをチャンバ11のるつぼ内周面側から排出するガス給排手段28が接続される。ガス給排手段28は一端がケーシング21の周壁に接続され他端が上記不活性ガスを貯留するタンク（図示せず）に接続された供給パイプ29と、一端がチャンバ11の下壁に接続され他端が真空ポンプ（図示せず）に接続された排出パイプ30とを有する。供給パイプ29及び排出パイプ30にはこれらのパイプ29, 30を流れる不活性ガスの流量を調整する第1及び第2流量調整弁31, 32がそれぞれ設けられる。

【0019】

一方、引上げ用モータの出力軸（図示せず）にはエンコーダ（図示せず）が設けられ、るつぼ駆動手段17には支軸16の昇降位置を検出するエンコーダ（図示せず）が設けられる。2つのエンコーダの各検出出力はコントローラ（図示せず）の制御入力に接続され、コントローラの制御出力は引上げ手段22の引上げ用モータ及びるつぼ駆動手段17の昇降用モータにそれぞれ接続される。またコントローラにはメモリ（図示せず）が設けられ、このメモリにはエンコーダの検出出力に対するワイヤケーブル23の巻取り長さ、即ちインゴット25の引上げ長さが第1マップとして記憶される。また、メモリには、インゴット25の引上げ長さに対する石英るつぼ13内のシリコン融液12の液面レベルが第2マップとして記憶される。コントローラは、引上げ用モータにおけるエンコーダの検出出力に基づいて石英るつぼ13内のシリコン融液12の液面を常に一定のレベルに保つように、るつぼ駆動手段17の昇降用モータを制御するように構成される。

【0020】

インゴット25の外周面と石英るつぼ13の内周面との間にはインゴット25の外周面を包囲する熱遮蔽部材36が設けられる。この熱遮蔽部材36は円筒状に形成されヒータ18からの輻射熱を遮る筒部37と、この筒部37の上縁に連設され外方に略水平方向に張り出すフランジ部38とを有する。上記フランジ部38を保温筒19上に載置することにより、筒部37の下縁がシリコン融液12表面から所定の距離だけ上方に位置するように熱遮蔽部材36はチャンバ11内に固定される。この実施の形態における筒部37は同一直径の筒状体であり、この筒部37の下部には筒内の方向に膨出する膨出部41が設けられる。

図3に示すように、膨出部41は、筒部37の下縁に接続され水平に延びてインゴット25の外周面近傍に達するリング状の底壁42と、底壁42の内縁に連設された縦壁44と、この縦壁44の上縁に連設された上壁46とにより構成される。この実施の形態では、筒部37と底壁42は一体的に形成され、上壁46と縦壁44とが一体的に形成される。この筒部37、底壁42、上壁46及び縦壁44は、熱的に安定で高純度な黒鉛或いは表面にSiCがコーティングされた黒鉛によって作ることが好ましいが、熱的に安定なMo（モリブデン）やW（タングステン）等の材料を使うこともできる。

【0021】

上壁46は水平か、或いは上方に向うに従って直径が大きくなるように形成され、上縁が筒部37に連続するように構成される。なお、筒部37の下部と底壁42と縦壁44と上壁46とにより囲まれる膨出部41の内部にはリング状の蓄熱部材47が設けられる。この実施の形態における蓄熱部材47は、膨出部41の内部にカーボン繊維からなるフェルト材を充填することにより形成される。膨出部41の内部に設けられた蓄熱部材47は、膨出部41を形成する縦壁44によりインゴット25の軸心線に対して平行な内周面が

形成され、インゴット 25 の直径を d とするときその蓄熱部材 47 の内周面は高さ H_1 は 10 mm 以上 $d/2$ 以下であってインゴット 25 の外周面との最小間隔 W_1 が 10 mm 以上 35 mm 以下になるように形成される。なお、上記高さ H_1 を $10\text{ mm} \sim d/2\text{ mm}$ の範囲に限定したのは、 10 mm 未満ではシリコン融液からの輻射熱を十分に断熱できないという不具合があり、 $d/2\text{ mm}$ を越えると単結晶棒からの放熱を促進するのが困難になり、引上げ速度を上げることができないという不具合があるからである。また上記最小間隔 W_1 を $10 \sim 0.2d$ の範囲に限定したのは、 10 mm 未満では引上げ中に膨出部と単結晶棒が接触する恐れがあるという不具合があり、 $0.2d$ を越えるとシリコン融液からの輻射熱を十分に断熱できないという不具合があるからである。

【0022】

図 1 及び図 2 に示すように、チャンバ 11 の外部には、チャンバ 11 の外径よりそれぞれ大きなコイル直径を有する上コイル 51 及び下コイル 52 が石英るつぼ 13 の回転軸をそれぞれコイル中心としかつ鉛直方向に所定の間隔をあけて配設される。そして、上コイル 51 及び下コイル 52 に互いに逆向きの電流を流すことにより上コイル及び下コイルの各コイル中心から上コイル及び下コイル間の中立面 53a を通るカスプ磁場 53 を発生させるように構成される。図示しないが、上コイル 51 及び下コイル 52 は互いの大きさが同一でも良いし、異なっているもよい。

【0023】

次に、上述した装置を用いた本発明のシリコン単結晶の引上げ方法を説明する。

この引上げ方法は、シリコン融液 12 に上コイル 51 及び下コイル 52 を用いてカスプ磁場 53 を印加しながら、上記シリコン融液 12 からトップ側インゴット 25a 及びボトム側インゴット 25b を含むインゴット 25 を引上げる方法である。図 2 に詳しく示すように、上コイル 51 及び下コイル 52 には互いに逆向きの電流が流され、これにより上コイル 51 及び下コイル 52 の各コイル中心から上コイル 51 及び下コイル 52 間の中立面 53a を通るカスプ磁場 53 を発生させる。なお、上記中立面 53a は、上コイル 51 及び下コイル 52 間における、鉛直方向の磁場強度がゼロとなる水平面である。そして、カスプ磁場 53 の強度を 50 ガウス以上に制御する。ここで、磁場強度は、カスプ磁場の中立面であって、石英るつぼの回転軸との交点から 300 mm 離れた円周上でのカスプ磁場の水平方向強度である。

【0024】

図 1 に戻って、次に第 1 及び第 2 流量調整弁 31, 32 を調整することによりチャンバ 11 の上部からチャンバ 11 の内部に不活性ガスを供給する。不活性ガスを供給すると、シリコン融液から発生する SiO ガスを効果的に炉外へ排出すると共に、その不活性ガスは膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下して結晶を冷却する効果、又は融液冷却による対流を変化させる効果等を生じさせる。なお、膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下した不活性ガスはその後シリコン融液 12 表面と熱遮蔽部材 26 下端との間を通過して排出パイプ 30 から外部に排出される。そしてシリコン融液 12 を貯留する石英るつぼ 13 を所定の回転速度で回転させ、種結晶 24 を石英るつぼ 13 とは逆方向に所定の回転速度で回転させながら、シリコン融液 12 に浸した種結晶 24 を引上げるにより、インゴット 25 をシリコン融液 12 から引上げる。種結晶 24 は、インゴット 25 内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる所定の引上げ速度プロファイルで引上げられる。

【0025】

またインゴット 25 は、種結晶 24 に連続して引上げられるトップ側インゴット 25a と、このトップ側インゴットに連続して引上げられるボトム側インゴット 25b とを有する。トップ側インゴット 25a 及びボトム側インゴット 25b の範囲は、引上げられるインゴット 25 の固化率により決定される。具体的には、図 4 に示すように、トップ側インゴット 25a は固化率が $0.15 \sim 0.30$ である部分をいい、ボトム側インゴット 25b は固化率が $0.50 \sim 0.65$ である部分をいう。なお、固化率とは、最初に石英るつぼ 13 に貯留されたシリコン融液 12 の初期チャージ重量に対するインゴット 25 の引上

げ重量の割合をいう。

【0026】

ここで、トップ側インゴット 25 a の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量が、ボトム側インゴット 25 b の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量より多くなるように調整される。この実施の形態では、図 5 に示すようにボトム側インゴット 25 b を引上げる際に不活性ガスの流量を一定量減少させるように調整される。このように調整すると、シリコン融液表面から排除される酸素濃度が減少し、ボトム側インゴット 25 b における結晶に取り込まれる酸素量は増大すると考えられる。この結果、本発明の方法では、図 6 に示すように、比較的均一な酸素濃度を有するシリコン単結晶のインゴットを製造することができる。

【0027】

この場合、トップ側インゴット 25 a の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流速指標 S が、ボトム側インゴット 25 b の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流速指標 S より速く設定される。ここで流速指標 S とは、次の式 (1) で求められる値である。

$$S = (P_o / E) \times F / A \quad \cdots \cdots (1)$$

式 (1) において、 P_o はチャンバ 11 の外部における大気圧力 (Pa) であり、 E はチャンバ 11 の内部圧力 (Pa) であり、 F はチャンバ 11 に供給される室温状態の不活性ガスの圧力 P_o (Pa) における流量 (m^3 /秒) であり、 A は膨出部 41 とインゴット 25 との間における断面積 (m^2) である。

【0028】

上記条件でインゴット 25 を引上げると、トップ側インゴット 25 a の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量が、ボトム側インゴット 25 b の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量より多くして、トップ側インゴット 25 a の上述した不活性ガスの流速指標 S が、ボトム側インゴット 25 b の不活性ガスの流速指標 S より速く設定したので、インゴット 25 の引上げに伴う石英るつば 13 内のシリコン融液 12 の減少によるシリコン融液 12 の対流の変化を最小限に抑制できるものと推定される。この結果、シリコン融液 12 及びインゴット 25 の固液界面近傍におけるインゴット 25 鉛直方向の温度勾配 G がインゴット 25 のほぼ全長にわたってインゴット 25 の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット 25 の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長にわたってパーフェクト領域となるインゴット 25 を引上げることができるものと考えられる。よって、このようなシリコン単結晶の引上げ方法では、ピュアマージンを減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造できるものと考えられる。ここで、ピュアマージンとは、図 8 に示すように、インゴットの横断面全体にわたって O I S F リングの存在しないパーフェクト領域となる臨界引上げ速度 V_2 , V_2' と格子間シリコン型点欠陥の凝集体の発生しない引上げ速度の下限 V_1 , V_1' との差 $(V_2 - V_1)$, $(V_2' - V_1')$ をいう。以下、本明細書では、ピュアマージンという場合、 $(V_2 - V_1)$ を代表して記載し、 $(V_2' - V_1')$ の記載を省略する。

【0029】

なお、上述した第 1 の実施の形態では、ボトム側インゴット 25 b を引上げる際に不活性ガスの流量を一定量減少させるように調整したが、トップ側インゴット 25 a の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量が、ボトム側インゴット 25 b の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量より多くなる限り、図 7 に示すように、不活性ガスの流量は酸素をコントロールするのに適当なパターンで減少するように変化させても良い。

【0030】

次に本発明の第 2 の実施の形態を図面に基づいて説明する。

この第 2 の実施の形態では、第 1 及び第 2 流量調整弁 31, 32 を調整することによりチャンバ 11 の上部からチャンバ 11 の内部に一定量の不活性ガスを供給し、膨出部 41

とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流速を 5 m/s 以下、好ましくは $2.4 \sim 5.0\text{ m/s}$ に調整する。そしてシリコン融液 12 を貯留する石英るつぼ 13 を所定の回転速度で回転させ、種結晶 24 を石英るつぼ 13 とは逆方向に所定の回転速度で回転させながら、シリコン融液 12 に浸した種結晶 24 を引上げることにより、インゴット 25 をシリコン融液 12 から引上げる。種結晶 24 は、インゴット 25 内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる所定の引上げ速度プロファイルで引上げられる。

【0031】

インゴット 25 を実際に引上げるに際しては、シリコン単結晶インゴット 25 のうちトップ側インゴット 25 a の引上げ時のカスプ磁場 53 の強度を、シリコン単結晶インゴット 25 のうちボトム側インゴット 25 b の引上げ時のカスプ磁場 53 の強度より大きく設定する。この実施の形態では、図 9 に示すように、トップ側インゴット 25 a を引上げる際にはその磁場強度を 200 ガウス以上 300 ガウス以下とし、その後、カスプ磁場 53 の強度を 0 ガウスを超えて 200 ガウス未満に段階的に変化させる。これ以外の点に関しては上述した第 1 の実施の形態と同一であるので、繰り返しての説明を省略する。

【0032】

図 2 に示すように、カスプ磁場 53 を発生させると、シリコン融液 12 にはローレンツ力が加わり、石英るつぼ 13 に貯留されたシリコン融液 12 の自由な移動は防止される。そして、トップ側インゴット 25 a を引上げる時点におけるカスプ磁場 53 の強度に比較して、ボトム側インゴット 25 b を引上げる時点におけるカスプ磁場 53 の強度を低くすると、その磁場によりシリコン融液 12 に生じた誘導電流によるローレンツ力がトップ側インゴット 25 a を引上げる場合に比較して低下し、自然対流の影響が大きくなると考えられる。ボトム側では、融液と石英るつぼの接触面積が減少することにより、石英の溶解が減少し酸素濃度が下がると考えられるが、磁場強度を小さくすることにより自然対流の影響が大きくなり石英の溶解量を大きくすることができると考えられている。これにより結晶に取り込まれる酸素量も増大する。この結果、本発明の方法では、図 10 に示すような比較的均一な酸素濃度を有するシリコン単結晶のインゴットを製造することができる。

【0033】

一方、上述したように磁場強度を変化させると、シリコン融液 12 及びインゴット 25 の固液界面近傍におけるインゴット 25 鉛直方向の温度勾配 G がインゴット 25 のほぼ全長にわたってインゴット 25 の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット 25 の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長にわたってパーフェクト領域となるインゴット 25 を引上げることができるものと考えられる。よって、このようなシリコン単結晶の引上げ方法では、ピュアマージンを減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造できるものと考えられる。

なお、上述した第 2 の実施の形態では、磁場強度を段階的に変化させる場合を説明したが、図 11 に示すように、磁場強度は一定の割合で減少するように変化させても良い。

【実施例】

【0034】

次に本発明の実施例を詳しく説明する。

<実施例 1>

先ず図 1 に示す引上げ装置 10 を用いてポリシリコン（シリコン多結晶）原料 120 kg をチャージし、直径約 200 mm のインゴット 25 を引上げた。この引上げに当たり、 200 ガウスのカスプ磁場 53 を発生させた。また、その引上げ時における膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量を室温換算で 110 リットル/min と一定にした。（以下、不活性ガス流量は室温換算。）このようにして所定の引上げ速度で引上げたインゴットを実施例 1 とした。

【0035】

<実施例 2>

引上げ時における膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量を 9

0リットル/minと一定にしたことを除いて、実施例1と同様にしてインゴットを引上げた。このインゴットを実施例2とした。

<実施例3>

カスプ磁場の強度を100ガウスとしたことを除いて、実施例1と同様にしてインゴットを引上げた。このインゴットを実施例3とした。

<比較試験及び評価>

実施例1～実施例3のインゴットを軸方向にスライスした後に、所定の熱処理を行ってライフタイムを測定し、図8に示す格子間シリコン型点欠陥の凝集体の発生しない引上げ速度の上限 V_2 並びにピュアマージン($V_2 - V_1$)、及び酸素濃度をトップ側インゴット25a及びボトム側インゴット25bのそれぞれについて求めた。その結果を表1に示す。なお、それぞれの値は、実施例1のトップ側インゴットの値を1.0とした相対値で表示した。

【0036】

【表1】

	アルゴン 流量 (l/min)	磁場 強度 (ガウス)	トップ側インゴット			ボトム側インゴット		
			O _i (相対値)	V_2 (相対値)	$V_2 - V_1$ (相対値)	O _i (相対値)	V_2 (相対値)	$V_2 - V_1$ (相対値)
実施例1	110	200	1.0	1.0	1.0	0.82	0.97	1.6
実施例2	90	200	1.05	0.97	0.0	0.90	1.04	1.8
実施例3	110	100	1.05	0.99	0.4	0.94	1.02	1.8

【0037】

表1から明らかなように、実施例2におけるトップ側インゴット25aではピュアマージンが0.0であるけれども、実施例1におけるトップ側インゴット25aではピュアマージンが1.0(相対値)である。一方、実施例1の酸素濃度はトップ側インゴットに比較してボトム側インゴットの方が低下しており、その低下は実施例2におけるボトム側の酸素濃度より低い値を示している。従って、トップ側インゴット25aの引上げ時の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの流量が、ボトム側インゴット25bの引上げ時の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの流量より多くなるように調整すれば、酸素濃度を減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造できるものと考えられる。

【0038】

また、実施例3におけるトップ側インゴット25aではピュアマージンが0.4(相対値)であるけれども、実施例1におけるトップ側インゴット25aではピュアマージンが1.0(相対値)である。一方、実施例1の酸素濃度はトップ側インゴットに比較してボトム側インゴットの方が低下しており、その低下は実施例3におけるボトム側の酸素濃度より低い値を示している。従って、トップ側インゴット25aの引上げ時のカスプ磁場53の強度を、シリコン単結晶インゴット25のうちボトム側インゴット25bの引上げ時のカスプ磁場53の強度より大きく設定すれば、酸素濃度を減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造できるものと考えられる。

【図面の簡単な説明】

【0039】

【図1】本発明の方法に使用する引上げ装置の断面構成図。

【図2】その装置でカスプ磁場を加えながらシリコン単結晶のインゴットを引上げて

いる状態を示す断面構成図。

【図 3】その装置の熱遮蔽部材を示す図 1 の A 部拡大断面図。

【図 4】その装置により引上げられるインゴットを示す図

【図 5】第 1 の実施の形態の不活性ガスの流量の変化状態を示す図。

【図 6】それにより引上げられたインゴットの長さ酸素濃度との関係を示す図。

【図 7】第 1 の実施の形態における不活性ガスの流量の別の変化状態を示す図。

【図 8】そのインゴットを所定の変量引上げ速度で引上げたときのインゴット内の格子間シリコン及び空孔の分布を示す説明図。

【図 9】第 2 の実施の形態における磁場強度の変化状態を示す図。

【図 10】それにより引上げられたインゴットの長さ酸素濃度との関係を示す図。

【図 11】第 2 の実施の形態の別の磁場強度の変化状態を示す図。

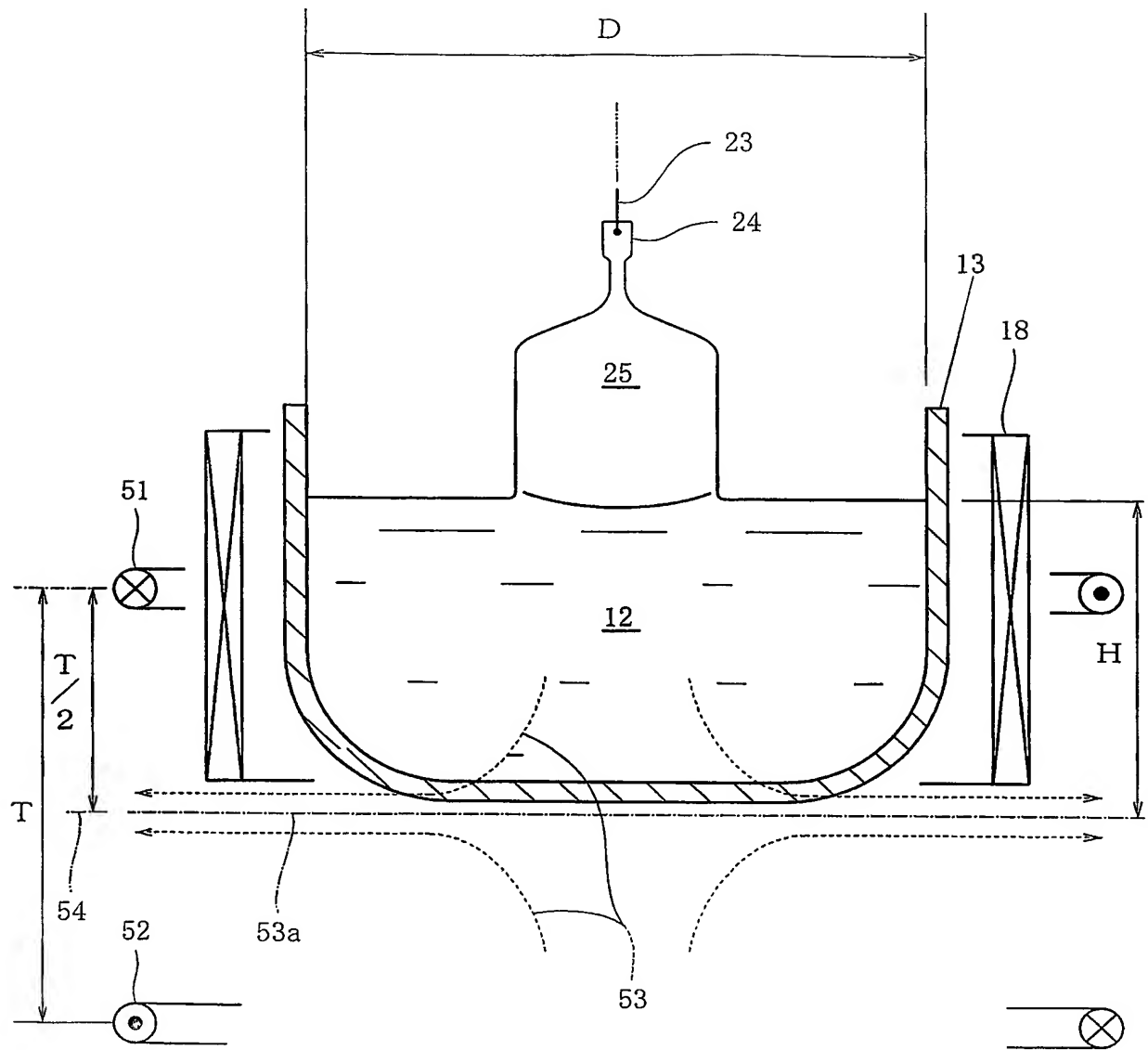
【図 12】従来の方法により引上げられたインゴットの長さ酸素濃度との関係を示す図。

【符号の説明】

【0040】

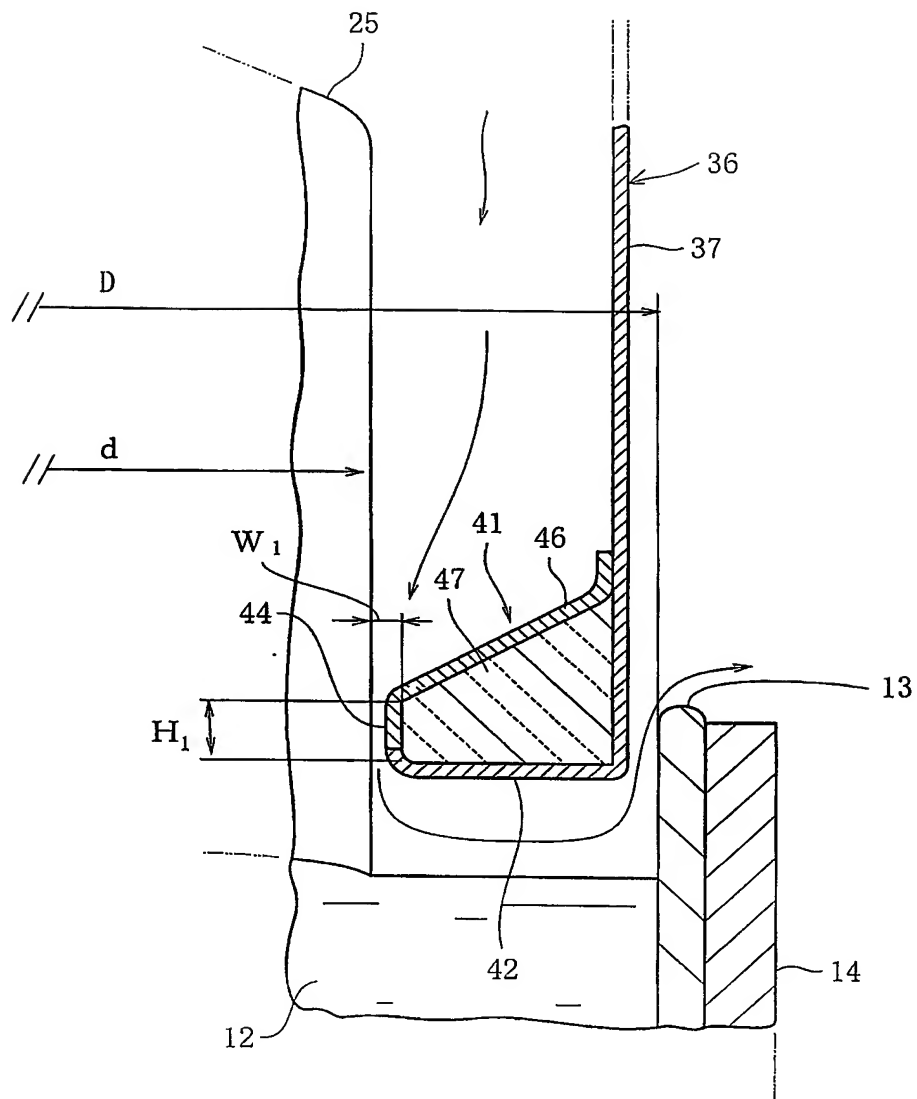
- 11 チャンバ
- 13 石英るつば
- 12 シリコン融液
- 25 シリコン単結晶のインゴット
- 25a トップ側インゴット
- 25b ボトム側インゴット
- 36 熱遮蔽部材
- 37 筒部
- 41 膨出部
- 47 蓄熱部材
- 51 上コイル
- 52 下コイル
- 53 カスプ磁場
- 53a 中立面
- d インゴットの直径
- D 石英るつばの内径
- H シリコン融液の表面と中立面との距離
- H₁ 蓄熱部材の内周面の高さ
- W₁ 蓄熱部材とインゴットの外周面との最小間隔

【図 2】



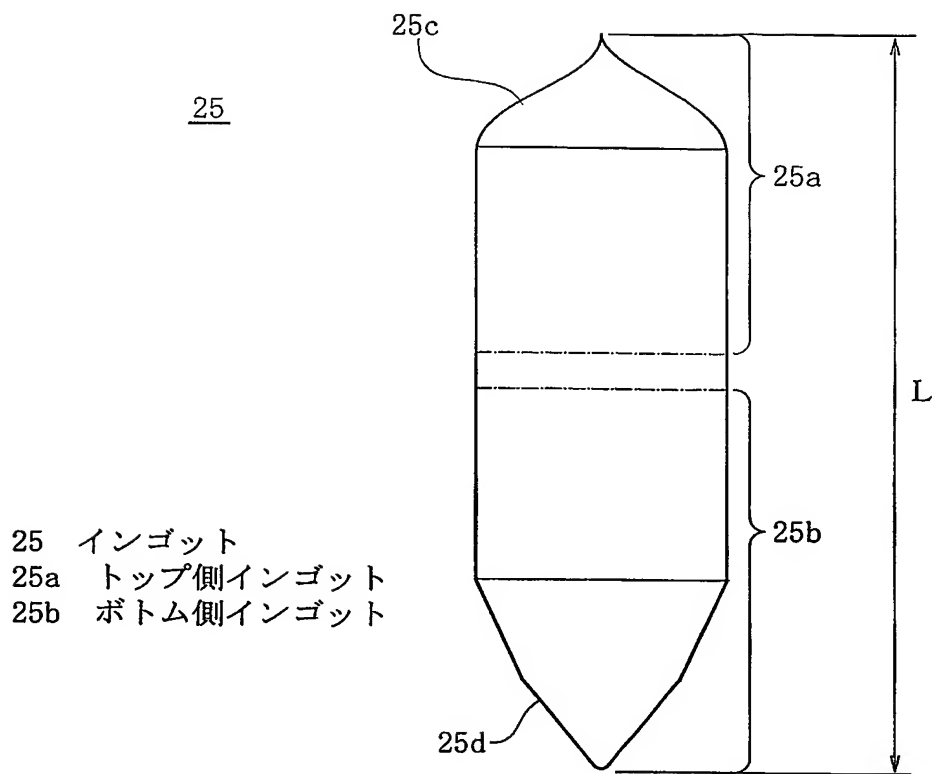
- | | |
|----------------------|----------------|
| 51 上コイル | 53 カusp磁場 |
| 52 下コイル | 53a カusp磁場の中立面 |
| D 石英るつぼの内径 | |
| H シリコン融液の表面と中立メントの距離 | |

【図 3】

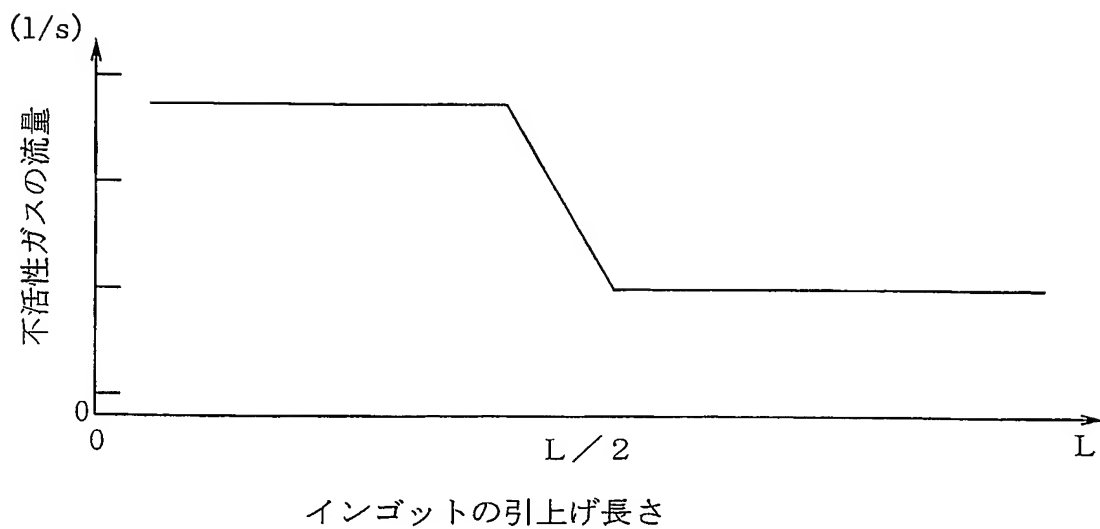


d インゴットの直径
 H_1 蓄熱部材の内周面の高さ
 W_1 蓄熱部材とインゴットの外周面との最小間隔

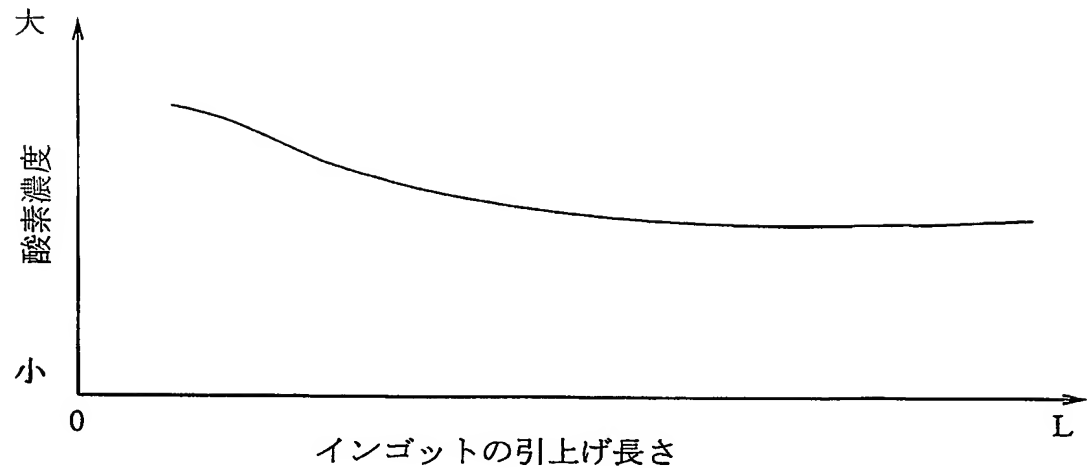
【図 4】



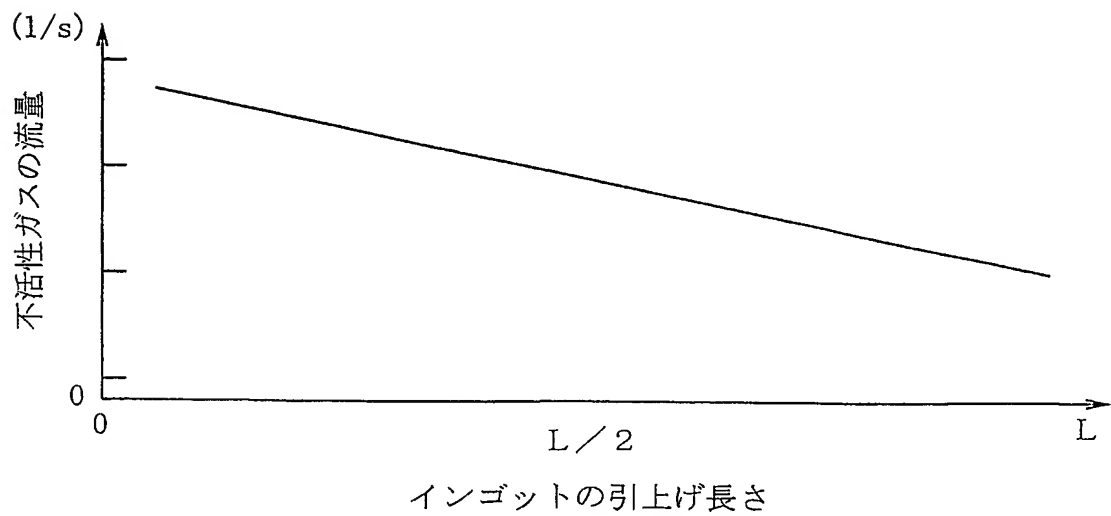
【図 5】



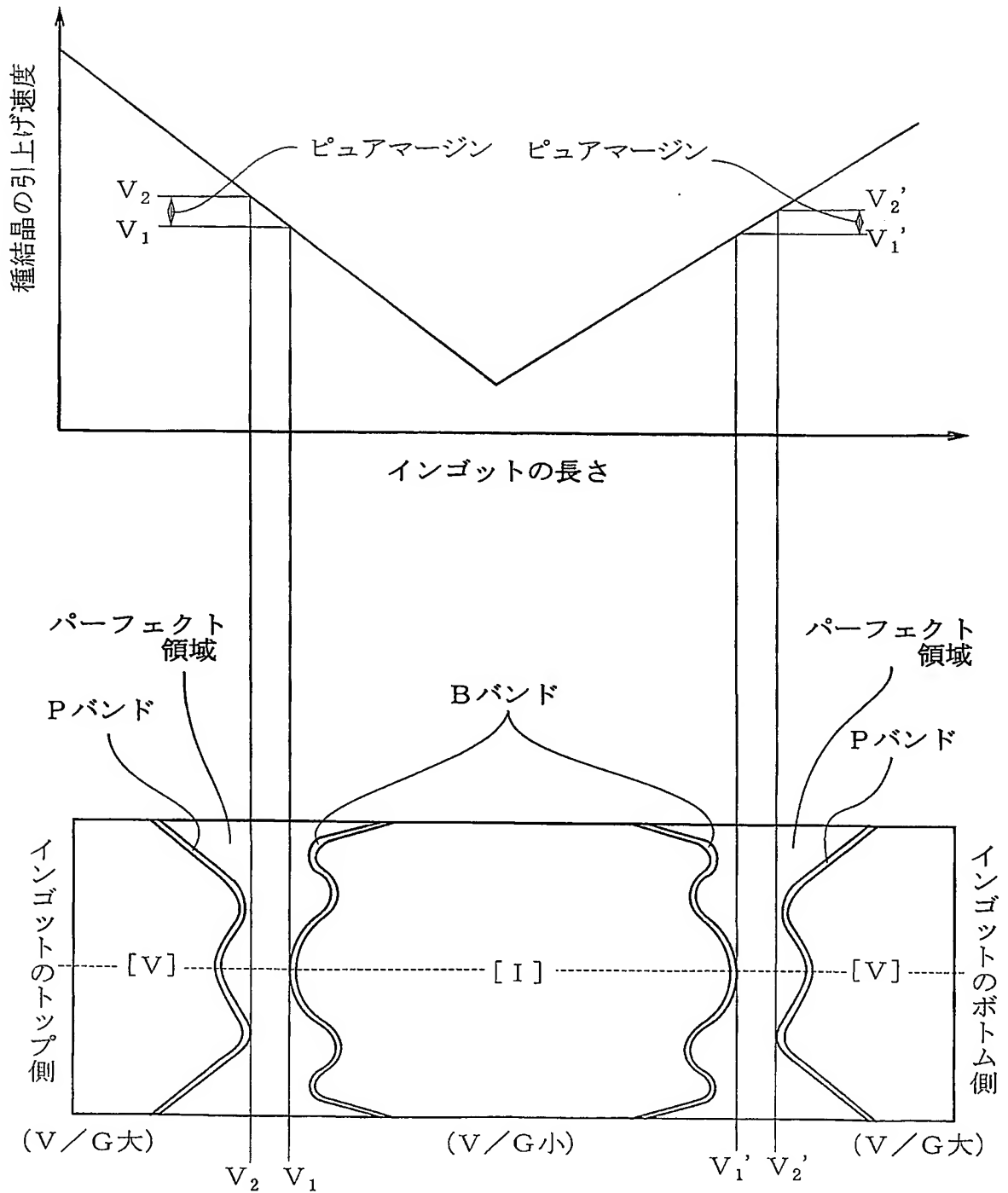
【図 6】



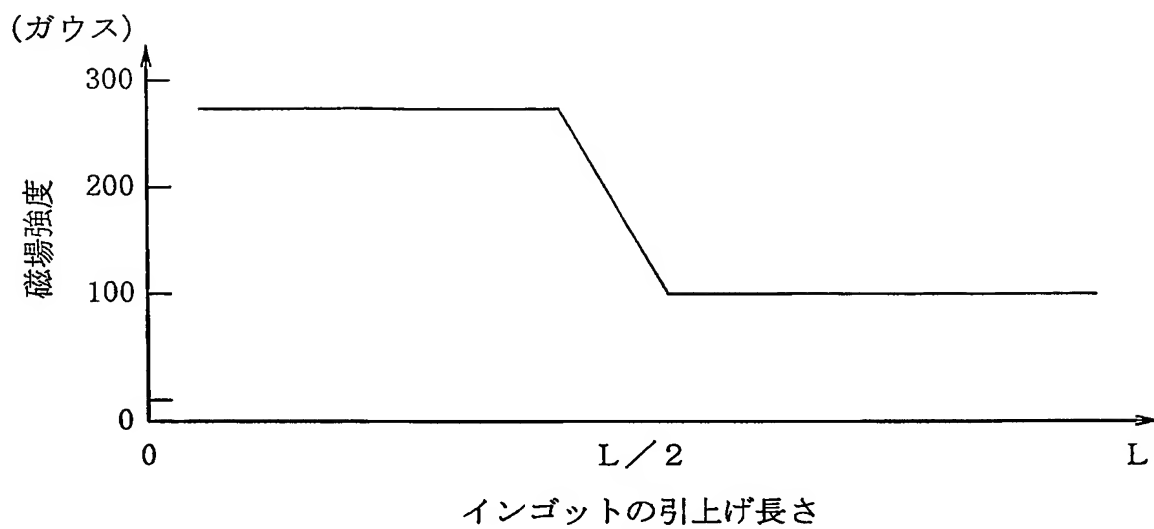
【図 7】



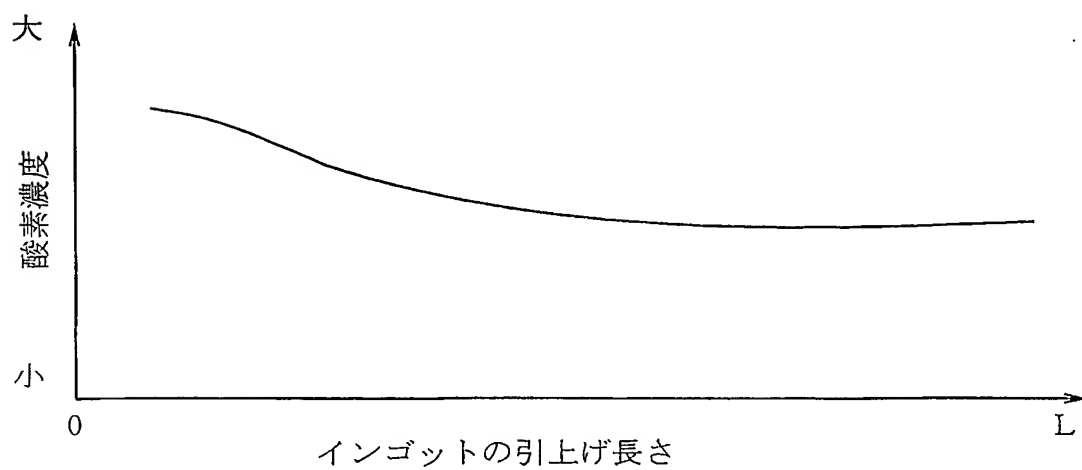
【図8】



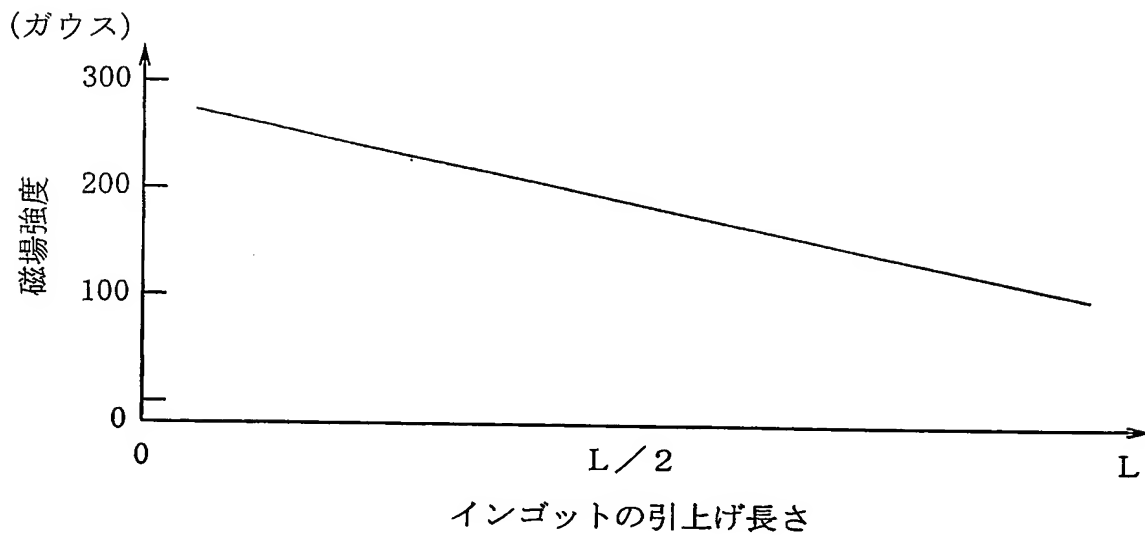
【図 9】



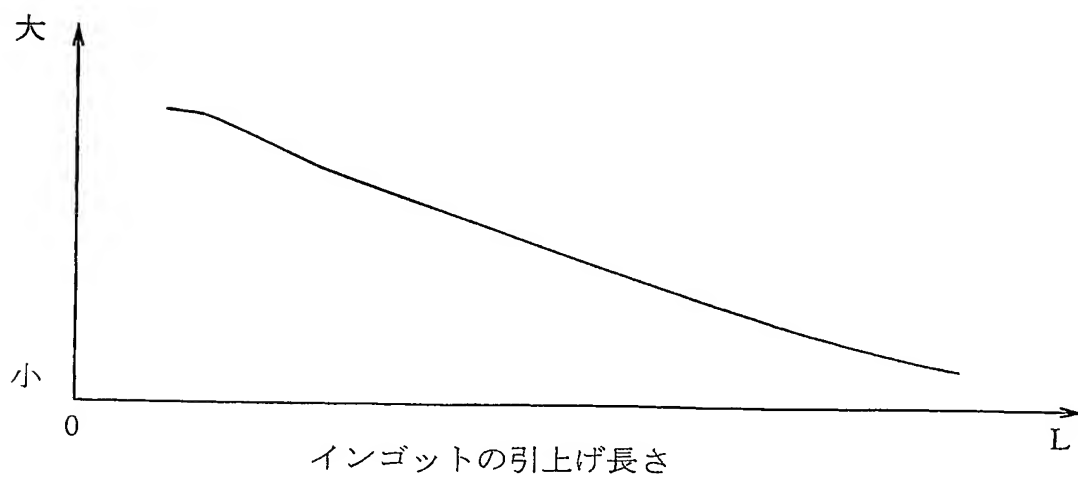
【図 10】



【図 11】



【図 12】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ピュアマージンを減少させることなく、ほぼ全長にわたって点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶のインゴットを製造する。

【解決手段】 熱遮蔽部材 36 が、筒部 37 の下部に筒内の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材 47 が設けられた膨出部 41 を備える。シリコン単結晶インゴット 25 のうちトップ側インゴット 25a の引上げ時の熱遮蔽部材 36 における膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量が、シリコン単結晶インゴット 25 のうちボトム側インゴット 25b の引上げ時の膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下する不活性ガスの流量より多くしてインゴット 25 を引き上げる。又は、トップ側インゴット 25a の引上げ時のカスプ磁場 53 の強度が、ボトム側インゴット 25b の引上げ時のカスプ磁場 53 の強度より大きく設定する。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 4 - 0 2 2 3 7 2

ページ： 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 0 2 0 0 6 8 5 4]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 月 3 1 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区芝浦一丁目2番1号

氏 名

三菱住友シリコン株式会社

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/000882

International filing date: 25 January 2005 (25.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-022372
Filing date: 30 January 2004 (30.01.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 17 March 2005 (17.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.